

**Metode uji standar untuk pengukuran viskositas  
pada temperatur dan *shear rate* tinggi menggunakan  
viskometer kapiler multisel**

***Standard Test Method for Measuring Apparent Viscosity at High-  
Temperature and High-Shear Rate by Multicell Capillary Viscometer***

**(ASTM D5481-10, IDT)**





© ASTM – All rights reserved

© BSN 2016 untuk kepentingan adopsi standar © ASTM menjadi SNI – Semua hak dilindungi

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis BSN

BSN  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta



*"This Standard is identical to **ASTM D5481-10, Standard Test Method for Measuring Apparent Viscosity at High-Temperature and High-Shear Rate by Multicell Capillary Viscometer**, Copyright ASTM International, 100 Barr Harbour Drive, West Conshohocken PA 19428 USA. Reprinted by permission of ASTM International."*

*ASTM International has authorized the distribution of this translation of **SNI 8258:2016**, but recognizes that the translation has gone through a limited review process. ASTM neither represents nor warrants that the translation is technically or linguistically accurate. Only the English edition as published and copyrighted by ASTM shall be considered the official version. Reproduction of this translation, without ASTM's written permission is strictly forbidden under U.S. and international copyright laws.*



## Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata.....	ii
Pendahuluan.....	1
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	2
3 Istilah dan definisi.....	3
4 Ringkasan metode uji.....	6
5 Arti dan kegunaan.....	6
6 Peralatan.....	7
7 Pereaksi dan bahan.....	7
8 Pengambilan sampel.....	8
9 Kalibrasi dan standardisasi.....	8
10 Prosedur.....	10
11 Perhitungan dan hasil.....	12
12 Pelaporan.....	12
13 Presisi dan bias.....	12
14 Kata kunci.....	13
Lampiran (normatif) A1. Perhitungan konstanta persamaan.....	15
Lampiran (normatif) A2. Penentuan volume tabung.....	17
Ringkasan perubahan.....	19



## Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 8258:2016, *Metode uji standar untuk pengukuran viskositas pada temperatur dan shear rate tinggi menggunakan viskometer kapiler multisel* merupakan SNI baru. SNI ini merupakan adopsi identik dari ASTM D5481–10, *Standard Test Method for Measuring Apparent Viscosity at High-Temperature and High-Shear Rate by Multicell Capillary Viscometer* dengan metode terjemahan.

SNI ini disusun untuk memudahkan pengguna dalam memahami metode uji sehingga dapat menerapkannya dengan baik dan benar.

Untuk tujuan ini telah dilakukan perubahan editorial yaitu tanda titik telah diganti dengan tanda koma dan sebaliknya untuk penulisan bilangan.

SNI ini disusun sesuai dengan ketentuan yang diberikan dalam:

- a) Pedoman Standardisasi Nasional PSN 03.1:2007, Adopsi Standar Internasional dan Publikasi Internasional lainnya, Bagian 1: Adopsi Standar Internasional menjadi SNI (ISO/IEC Guide 21-1:2005, *Regional or national adoption of International Standards and other International Deliverables – Part 1: Adoption of International Standards, MOD*),
- b) Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 08:2007, Penulisan SNI,
- c) Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 10:2012, Adopsi Standar American Society for Testing and Material menjadi Standar Nasional Indonesia.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 75-02 Produk Minyak Bumi, Gas Bumi dan Pelumas dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup Komite Teknis di Jakarta pada tanggal 5-6 Desember 2013 yang dihadiri oleh wakil dari produsen, konsumen, tenaga ahli, asosiasi dan peneliti serta instansi teknis terkait lainnya.

Apabila pengguna menemukan keraguan dalam standar ini maka disarankan untuk melihat standar aslinya yaitu ASTM D5481–10 dan/atau dokumen terkait lain yang menyertainya.







## Metode uji standar untuk pengukuran viskositas pada temperatur dan *shear rate* tinggi menggunakan viskometer kapiler multisel<sup>1</sup>

## Standard test method for measuring apparent viscosity at high-temperature and high-shear rate by multicell capillary viscometer<sup>1</sup>

### Pendahuluan

Beberapa konfigurasi viskometer kapiler yang berbeda telah berhasil digunakan untuk pengukuran viskositas minyak lumpur mesin pada *shear rate* dan temperatur tinggi yang terjadi di dalam mesin. Metode uji ini mencakup penggunaan peralatan tunggal<sup>2</sup> pada temperatur dan *shear rate* tunggal untuk mencapai keseragaman yang lebih tinggi dan meningkatkan presisi.

#### 1 Ruang lingkup\*

1.1 Metode uji ini mencakup penentuan viskositas temperatur tinggi dan *high shear* (*high-temperature high-shear*, HTHS) secara laboratorium untuk minyak lumpur mesin pada temperatur 150 °C menggunakan viskometer kapiler multisel meliputi tekanan, temperatur, dan alat ukur waktu. *Shear rate* untuk metode uji ini sebanding dengan *shear rate* nyata pada dinding sebesar ( $1,4 \times 10^6$  detik<sup>-1</sup>)<sup>3</sup>.

<sup>1</sup> Metode uji ini di bawah yurisdiksi ASTM Committee D.02 on Petroleum Products and Lubricants dan di bawah tanggung jawab langsung dari Subcommittee D02.07 on Flow Properties. Edisi sekarang disetujui 1 Agustus 2010. dipublikasikan Sept 2004. Pada awalnya disetujui tahun 1993. Edisi terakhir yang disetujui pada tahun 2004 sebagai 5481-04, DOI:10.1520/D5481-10.

<sup>2</sup> Manning, R. E., and Lloyd, W. A., "Multicell High Temperature High-Shear Capillary Viscometer," SAE Paper 861562. Tersedia dari Society of Automotive Engineers (SAE), 400 Commonwealth Dr., Warrendale, PA 15096-0001, [www.sae.org](http://www.sae.org).

<sup>3</sup> Girshick, F., "Non-Newtonian Fluid Dynamics in High Temperature High Shear Capillary Viscometers," SAE Paper 922288. Tersedia dari Society of Automotive Engineers (SAE), 400 Commonwealth Dr., Warrendale, PA 15096-0001, [www.sae.org](http://www.sae.org).

\* Ringkasan Perubahan diberikan pada akhir standar ini

### Introduction

Several different configurations of capillary viscometers have been successfully used for measuring the viscosity of engine oils at the high shear rates and high temperatures that occur in engines. This test method covers the use of a single apparatus<sup>2</sup> at a single temperature and single shear rate to achieve greater uniformity and improved precision.

#### 1 Scope\*

1.1 This test method covers the laboratory determination of high-temperature high-shear (HTHS) viscosity of engine oils at a temperature of 150 °C using a multicell capillary viscometer containing pressure, temperature, and timing instrumentation. The shear rate for this test method corresponds to an apparent shear rate at the wall of 1,4 million reciprocal seconds ( $1,4 \times 10^6$  s<sup>-1</sup>)<sup>3</sup>.

<sup>1</sup> This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D02 on Petroleum Products and Lubricants and is the direct responsibility of Subcommittee D02.07 on Flow Properties. Current edition approved Aug 1, 2010. Published September 2004. Originally approved in 1993. Last previous edition approved in 2004 as D5481-04, DOI:10.1520/D5481-10.

<sup>2</sup> Manning, R. E., and Lloyd, W. A., "Multicell High Temperature High-Shear Capillary Viscometer," SAE Paper 861562. Available from Society of Automotive Engineers (SAE), 400 Commonwealth Dr., Warrendale, PA 15096-0001, [www.sae.org](http://www.sae.org).

<sup>3</sup> Girshick, F., "Non-Newtonian Fluid Dynamics in High Temperature High Shear Capillary Viscometers," SAE Paper 922288. Available from Society of Automotive Engineers (SAE), 400 Commonwealth Dr., Warrendale, PA 15096-0001, [www.sae.org](http://www.sae.org).

\* A Summary of Changes section appears at the end of this standard.





*Shear rate* ini diketahui memperkecil perbedaan antara metode uji ini dengan metode uji HTHS lain<sup>3</sup> yang digunakan untuk penentuan spesifikasi minyak lumas mesin. Viskositas ditentukan secara langsung dari kalibrasi yang sudah dilakukan menggunakan minyak Newtonian dengan viskositas 2 sampai 5 mPa·s pada 150 °C.

1.2 Nilai-nilai dinyatakan dalam satuan SI sebagai standar. Tidak ada satuan lain di dalam standar ini.

1.2.1 *CentiPoise* (cP) bukan satuan SI untuk viskositas, besarnya sama dengan *milliPascal-second* (mPa·s).

1.2.2 *Pounds per square inch* (psi) adalah satuan tekanan bukan SI besarnya sama dengan 6,895 kPa. Satuan-satuan ini hanya sebagai informasi untuk penjelasan pada 6.1.1, 7.3, 9.1.2.1 dan tabel-tabel.

1.3 *Standar ini tidak mencakup semua hal mengenai keselamatan yang terkait dengan penggunaannya. Menjadi tanggung jawab pengguna standar ini untuk mengadakan latihan keselamatan dan kesehatan yang tepat dan memastikan penerapan batas-batas peraturan sebelum digunakan.*

## 2 Acuan normatif

### 2.1 Standar ASTM:<sup>4</sup>

D4683, *Test Method for Measuring Viscosity of New and Used Engine Oils at High Shear Rate and High Temperature by Tapered Bearing Simulator Viscometer at 150 °C*

D4741, *Test Method for Measuring Viscosity at High Temperature and High Shear Rate by Tapered-Plug Viscometer*

<sup>4</sup> Sebagai acuan ASTM standards, Kunjungi website ASTM, [www.astm.org](http://www.astm.org), atau hubungi ASTM Customer Service at [service@astm.org](mailto:service@astm.org). Untuk volume informasi *Annual Book of ASTM Standards*, merujuk pada halaman Rangkuman Dokumen standar di website ASTM.

This shear rate has been found to decrease the discrepancy between this test method and other high temperature high-shear test methods<sup>3</sup> used for engine oil specifications. Viscosities are determined directly from calibrations that have been established with Newtonian oils with viscosities from 2 to 5 mPa·s at 150 °C.

1.2 The values stated in SI units are to be regarded as standard. No other units of measurement are included in this standard.

1.2.1 The centiPoise (cP) is a non-SI metric unit of viscosity that is numerically equal to the milliPascal-second (mPa·s).

1.2.2 Pounds per square inch (psi) is a non-SI unit of pressure that is approximately equal to 6,895 kPa. These units are provided for information only in 6.1.1, 7.3, 9.1.2.1, and the tables.

1.3 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

## 2 Referenced documents

### 2.1 ASTM Standards:<sup>4</sup>

D4683, *Test Method for Measuring Viscosity of New and Used Engine Oils at High Shear Rate and High Temperature by Tapered Bearing Simulator Viscometer at 150 °C*

D4741, *Test Method for Measuring Viscosity at High Temperature and High Shear Rate by Tapered-Plug Viscometer*

<sup>4</sup> For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, [www.astm.org](http://www.astm.org), or contact ASTM Customer Service at [service@astm.org](mailto:service@astm.org). For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.



### 3 Istilah dan definisi

#### 3.1 Definisi:

##### 3.1.1

##### **apparent shear rate pada dinding**

*shear rate* pada dinding kapiler yang dihitung untuk fluida Newtonian, sebagai berikut:

$$S_a = 4V/\pi R^3 t \quad (1)$$

keterangan:

$S_a$  = *apparent shear rate* pada dinding kapiler,  $s^{-1}$

$V$  = volume,  $mm^3$ ,

$R$  = jari-jari kapiler, mm, dan

$t$  = waktu alir terukur, s.

3.1.1.1 Diskusi — *Shear rate* aktual pada dinding akan berbeda untuk fluida non-Newtonian.

##### 3.1.2

##### **apparent viscosity**

viskositas tertentu yang diperoleh menggunakan metode uji ini.

##### 3.1.3

##### **densitas**

massa per unit volume

3.1.3.1 Diskusi — dalam SI, satuan densitas adalah  $kg/m^3$ ; satuan  $gr/cm^3$  sering digunakan. Satu  $kg/m^3$ ; sama dengan  $10^{-3} gr/cm^3$ .

##### 3.1.4

##### **viskositas kinematik**

perbandingan viskositas terhadap densitas fluida.

3.1.4.1 Diskusi — Viskositas kinematik adalah ukuran hambatan fluida untuk mengalir karena gaya gravitasi. Dalam SI, satuan viskositas kinematik adalah  $m^2/detik$ ; untuk penggunaan praktis satuan  $mm^2/detik$  lebih umum. Satuan yang sering juga digunakan adalah centiStokes (cSt) sama dengan  $1 mm^2/detik$ .

##### 3.1.5

##### **minyak atau fluida Newtonian**

minyak atau fluida yang menunjukkan viskositas konstan pada semua kondisi

### 3 Terminology

#### 3.1 Definitions:

##### 3.1.1

##### **apparent shear rate at the wall**

*shear rate* at the wall of the capillary calculated for a Newtonian fluids, as follows:

$$S_a = 4V/\pi R^3 t \quad (1)$$

where:

$S_a$  = apparent shear rate at the wall,  $s^{-1}$ ,

$V$  = volume,  $mm^3$ ,

$R$  = capillary radius, mm, and

$t$  = measured flow time, s.

3.1.1.1 Discussion—The actual shear rate at the wall will differ for a non-Newtonian fluid.

##### 3.1.2

##### **apparent viscosity**

the determined viscosity obtained by this test method.

##### 3.1.3

##### **density**

mass per unit volume.

3.1.3.1 Discussion—In the SI, the unit of density is the kilogram per metre cubed ( $kg/m^3$ ); the gram per cubic centimeter ( $g/cm^3$ ) is often used. One  $kg/m^3$  is  $10^{-3} g/cm^3$ .

##### 3.1.4

##### **kinematic viscosity**

the ratio of the viscosity to the density of the fluid.

3.1.4.1 Discussion—Kinematic viscosity is a measure of a fluid's resistance to flow under the force of gravity. In the SI, the unit of kinematic viscosity is the metre squared per second ( $m^2/s$ ); for practical use, a submultiple (millimetre squared per second,  $mm^2/s$ ) is more convenient. The centiStokes (cSt) is  $1 mm^2/s$  and is often used.

##### 3.1.5

##### **Newtonian oil or fluid**

an oil or fluid that exhibits a constant viscosity at all shear rates or shear



*shear rate* atau *shear stress*.

### 3.1.6

#### **minyak atau fluida non-Newtonian**

minyak atau fluida yang menunjukkan viskositas yang berubah-ubah dengan adanya perubahan *shear rate* atau *shear stress*.

### 3.1.7

#### ***shear rate***

gradien kecepatan dalam aliran laminar; turunan dari kecepatan terhadap jarak dalam arah tegak lurus terhadap arah aliran.

3.1.7.1 Diskusi — unit *shear rate* yang diperoleh adalah kecepatan dibagi panjang. Dengan waktu dalam detik dan unit panjang tetap, satuan *shear rate* adalah detik<sup>-1</sup>.

### 3.1.8

#### ***shear stress***

gaya per luas fluida yang mengalir.

3.1.8.1 Diskusi — dalam viskometer kapiler, *shear stress* yang signifikan adalah pada dinding, dimana gaya total mengenai permukaan melintang kapiler dibagi luas permukaan dalam kapiler. *Shear stress* pada dinding tidak tergantung pada sifat fluida (Newtonian/non-Newtonian). Satuan SI untuk *shear stress* adalah pascal (Pa). Secara matematis, *shear stress* pada dinding kapiler viskometer adalah sebagai berikut:

$$Z = PR/2L \quad (2)$$

keterangan :

$Z$  = *shear stress*, Pa,

$P$  = *pressure drop*, Pa,

$R$  = jari-jari kapiler, and

$L$  = panjang kapiler dalam satuan tetap.

### 3.1.9

#### **viskositas**

rasio antara *shear stress* dan *shear rate* pada lokasi yang sama.

3.1.9.1 Diskusi — Viskositas seringkali

stresses.

### 3.1.6

#### **non-Newtonian oil or fluid**

an oil or fluid that exhibits a viscosity that varies with changing shear rate or shear stress.

### 3.1.7

#### ***shear rate***

the spatial gradient of velocity in laminar flow; the derivative of velocity with respect to distance in a direction perpendicular to the direction of flow.

3.1.7.1 Discussion —The derived unit of shear rate is velocity divided by length. With the time in seconds and with consistent units of length, shear rate becomes reciprocal seconds, or s<sup>-1</sup>.

### 3.1.8

#### ***shear stress***

force per area of fluid in the direction of flow.

3.1.8.1 Discussion—In a capillary viscometer, the significant shear stress is the shear stress at the wall, that is, the total force acting on the cross section of the capillary divided by the area of the inside surface of the capillary. The shear stress at the wall does not depend on the fluid properties (that is, Newtonian or non-Newtonian). The SI unit for shear stress is the pascal (Pa). Mathematically, the shear stress at the wall of a capillary viscometer is as follows:

$$Z = PR/2L \quad (2)$$

where:

$Z$  = shear stress, Pa,

$P$  = pressure drop, Pa,

$R$  = capillary radius, and

$L$  = capillary length in consistent units.

### 3.1.9

#### **viscosity**

the ratio between shear stress and shear rate at the same location.

3.1.9.1 Discussion — Viscosity is



disebut sebagai koefisien viskositas, atau viskositas dinamik. Viskositas merupakan ukuran hambatan fluida untuk mengalir. Dalam SI, satuan viskositas adalah *pascal second* (Pa.s); dalam penggunaan praktis (*millipascal second*, mPa.s) lebih umum.

sometimes called the coefficient of viscosity, or the dynamic viscosity. It is a measure of a fluid's resistance to flow. In the SI, the unit of viscosity is a pascal second (Pa.s); for practical use a submultiple (millipascal second, mPa.s) is more convenient.

## 3.2 Definisi kondisi spesifik pada standar ini.

## 3.2 Definitions of terms specific to this standard:

### 3.2.1

#### minyak pengkalibrasi

minyak yang digunakan untuk menetapkan kerangka acuan kerja instrumen dari viskositas *apparent* terhadap *pressure drop* minyak lumpur yang akan diuji.

### 3.2.1

#### calibration oils

those oils used for establishing the instrument's reference framework of apparent viscosity versus pressure drop from which the apparent viscosities of the test oils are determined.

3.2.1.1 Diskusi — Minyak pengkalibrasi, berupa fluida Newtonian, tersedia di pasaran<sup>5</sup> atau dapat dicampur sendiri oleh pengguna.

3.2.1.1 Discussion — Calibration oils, which are Newtonian fluids, are available commercially<sup>5</sup> or can be blended by the user.

### 3.2.2

#### minyak uji

minyak yang akan ditentukan viskositasnya menggunakan metode uji ini.

### 3.2.2

#### test oil

any oil for which the apparent viscosity is to be determined by the test method.

### 3.2.3

#### sel viskometrik

bagian dari viskometer yang berisi semua komponen yang mungkin akan terbasahi oleh sampel, termasuk tabung luar, kapiler uji, tabung sampel, sambungan tekanan/*exhaust*, katup, dan reservoir pengisian.

### 3.2.3

#### viscometric cell

that part of the viscometer comprising all parts which may be wet by the test sample, including exit tube, working capillary, fill tube, pressure/exhaust connection, plug valve, and fill reservoir.

<sup>5</sup> Agen Tunggal yang dikenal saat ini adalah Cannon Instrument Co., P.O. Box 16, State College, PA 16804. Jika anda mengetahui supplier alternative, silahkan lengkapi informasi ini kepada ASTM International Headquarters. Komentar anda akan diterima dengan baik pada pertemuan komite teknis,<sup>1</sup> dimana anda dapat hadir.

<sup>5</sup> The sole source of supply known to the committee at this time is Cannon Instrument Co., P.O. Box 16, State College, PA 16804. If you are aware of alternative suppliers, please provide this information to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee,<sup>1</sup> which you may attend.



#### 4 Ringkasan metode uji

4.1 Viskositas sampel uji pada setiap sel viskometer diperoleh dengan menentukan tekanan yang diperlukan untuk mencapai laju alir yang sesuai dengan *shear rate* pada dinding sebesar  $1,4 \times 10^6 \text{ detik}^{-1}$ . Kalibrasi pada setiap sel digunakan untuk menentukan viskositas yang sesuai dengan tekanan terukur.

4.2 Setiap sel viskometer dikalibrasi dengan menetapkan hubungan antara tekanan dengan laju alir dari rangkaian minyak Newtonian yang diketahui viskositasnya.

#### 5 Arti dan kegunaan

5.1 Viskositas adalah sifat minyak lumas yang penting. Viskositas semua fluida berubah dengan temperatur. Pada umumnya pelumas petroleum merupakan fluida non-Newtonian; viskositasnya berubah dengan adanya *shear rate*. Viskositas minyak lumas yang paling penting adalah diukur pada atau mendekati kondisi *shear rate* dan temperatur operasional minyak lumas.

5.2 Kondisi shear rate dan temperatur pada metode uji ini dianggap mewakili kondisi bantalan mesin otomotif dalam operasi tugas berat.

5.3 Beberapa pabrikan peralatan dan spesifikasi minyak lumas memerlukan viskositas minimal pada  $150^\circ\text{C}$  and  $10^6 \text{ detik}^{-1}$ . *Shear rate* dalam viskometer kapiler berbeda tergantung dari jari-jari kapiler. *Apparent shear rate* pada bagian dinding untuk metode uji ini dinaikkan untuk mengimbangi *shear rate* yang bervariasi.<sup>3</sup>

5.4 Pengujian ini telah dievaluasi pada program kerja sama ASTM.<sup>6</sup>

<sup>6</sup> Data pendukung telah dimasukkan dalam ASTM International Headquarters dan dapat diperoleh dengan meminta *Research Report* RR: D02-1378.

#### 4 Summary of test method

4.1 The viscosity of the test oil in any of the viscometric cells is obtained by determining the pressure required to achieve a flow rate corresponding to an apparent shear rate at the wall of  $1,4 \times 10^6 \text{ s}^{-1}$ . The calibration of each cell is used to determine the viscosity corresponding to the measured pressure.

4.2 Each viscometric cell is calibrated by establishing the relationship between pressure and flow rate for a series of Newtonian oils of known viscosity.

#### 5 Significance and use

5.1 Viscosity is an important property of fluid lubricants. The viscosity of all fluids varies with temperature. Many common petroleum lubricants are non-Newtonian; their viscosity also varies with shear rate. The usefulness of the viscosity of lubricants is greatest when the viscosity is measured at or near the conditions of shear rate and temperature that the lubricants will experience in service.

5.2 The conditions of shear rate and temperature of this test method are thought to be representative of those in the bearing of automotive engines in severe service.

5.3 Many equipment manufacturers and lubricant specifications require a minimum high-temperature high-shear viscosity at  $150^\circ\text{C}$  and  $10^6 \text{ s}^{-1}$ . The shear rate in capillary viscometers varies across the radius of the capillary. The apparent shear rate at the wall for this test method is increased to compensate for the variable shear rate.<sup>3</sup>

5.4 This test was evaluated in an ASTM cooperative program.<sup>6</sup>

<sup>6</sup> Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters be obtained by requesting *Research Report* RR: D02-1378.



## 6 Peralatan

6.1 *High-Temperature High-Shear (HTHS) Viskometer*<sup>5</sup> terdiri dari beberapa sel viskometer dalam blok dengan temperatur terkontrol dan termasuk peralatan untuk mengatur dan mengukur temperatur dan tekanan yang digunakan dan untuk mengukur waktu alir dari volume minyak uji yang belum ditentukan. Setiap sel viskometrik terdiri dari kapiler gelas yang presisi dan peralatan untuk mengatur volume minyak uji untuk mendapatkan nilai perkiraan awal.

6.1.1 Viskometer HTHS memiliki jenis dimensi dan spesifikasi sbb:

Diameter kapiler 0,15 mm  
Panjang kapiler 15 - 18 mm  
Kontrol temperatur  $(150 \pm 0,1) ^\circ\text{C}$   
Kisaran tekanan 350 - 3 500 kPa ( $\sim 50$  - 500 psi)  
Kontrol tekanan  $\pm 1 \%$   
Volume sampel  $(7 \pm 1)$  ml

6.1.2 Termometer untuk pengukuran temperatur blok adalah *preset digital resistance thermometer*. Ketelitian termometer ini dapat dicek dengan *thermowell* khusus dan termometer terkalibrasi<sup>5</sup> dengan akurasi  $\pm 0,1 ^\circ\text{C}$  atau lebih baik. Lihat rekomendasi pabrikan untuk prosedurnya.

## 7 Pereaksi dan bahan

7.1 Minyak Newtonian,<sup>5</sup> memiliki viskositas bersertifikat 2 sampai 7 mPa.s pada  $150 ^\circ\text{C}$ . Lihat Tabel 1.

7.2 Sampel acuan non-Newtonian,<sup>57</sup> memiliki viskositas bersertifikat pada  $150 ^\circ\text{C}$  dan  $10^6 \text{ detik}^{-1}$ .

7.3 Tabung karbondioksida atau nitrogen, dilengkapi katup penurun tekanan yang memiliki tekanan maksimum setidaknya 3 500 kPa ( $\sim 500$  psi).

## 6 Apparatus

6.1 *High-Temperature High-Shear (HTHS) Viscometer*,<sup>5</sup> consisting of several viscometer cells in a temperature-controlled block and including means for controlling and measuring temperature and applied pressure and for timing the flow of a predetermined volume of test oil. Each viscometric cell contains a precision glass capillary and means for adjusting the test oil volume to the predetermined value.

6.1.1 The HTHS viscometer has the following typical dimensions and specifications:

Diameter of capillary 0,15 mm  
Length of capillary 15 to 18 mm  
Temperature control  $(150 \pm 0,1) ^\circ\text{C}$   
Pressure range 350 to 3 500 kPa ( $\sim 50$  to 500 psi)  
Pressure control  $\pm 1 \%$   
Sample volume  $(7 \pm 1)$  ml

6.1.2 The thermometer for measuring the temperature of the block is a preset digital resistance thermometer. The accuracy of this thermometer may be checked by means of a special thermowell and calibrated thermometer<sup>5</sup> whose accuracy is  $\pm 0,1 ^\circ\text{C}$  or better. See manufacturer's recommendations for procedure.

## 7 Reagents and materials

7.1 Newtonian Oils,<sup>5</sup> having certified viscosities of 2 to 7 mPa.s at  $150 ^\circ\text{C}$ . See Table 1.

7.2 Non-Newtonian reference sample,<sup>57</sup> having a certified viscosity at  $150 ^\circ\text{C}$  and  $10^6 \text{ s}^{-1}$ .

7.3 Carbon dioxide or nitrogen cylinder, with reducer valve having a maximum pressure of at least 3 500 kPa ( $\sim 500$  psi).



Tabel 1 - Minyak pengkalibrasi

Minyak pengkalibrasi	Viskositas perkiraan <sup>A</sup>	Tekanan perkiraan untuk pengujian	
	mPa.s	psi	kPa
HT39	2,0	225	1 500
HT75	2,7	290	2 000
HT150	3,7	375	2 500
HT240	5,0	480	3 300
HT390	7,0	645	4 500

<sup>A</sup> Konsultasi dengan suplier penyedia minyak pengkalibrasi untuk nilai tertentu

Tabel 1 - Calibration oils

Calibration oil	Approximate viscosity <sup>A</sup>	Approximate pressure for test method	
	(mPa-s)	psi	kPa
HT39	2,0	225	1 500
HT75	2,7	290	2 000
HT150	3,7	375	2 500
HT240	5,0	480	3 300
HT390	7,0	645	4 500

<sup>A</sup> Consult the supplier for specific values.

## 8 Pengambilan sampel

8.1 Sampel minyak uji yang mewakili, bebas dari bahan padat tersuspensi dan air, diperlukan untuk mendapatkan hasil yang valid. Jika sampel dicurigai mengandung material tersuspensi, saring menggunakan kertas saring 10-µm.

## 8 Sampling

8.1 A representative sample of test oil, free from suspended solid material and water, is necessary to obtain valid results. When the sample is suspected to contain suspended material, filter with about 10-µm filter paper.

## 9 Kalibrasi dan standardisasi

### 9.1 Kalibrasi:

9.1.1 Volume dan diameter kapiler dari setiap sel viskometrik disediakan oleh pabrikan, dan waktu alir ( $t_o$ ) sesuai dengan *shear rate* pada dinding  $1,4 \times 10^6$  detik<sup>-1</sup> dihitung oleh pabrikan menggunakan persamaan berikut:

$$t_o = 4V/1,4 \cdot 10^6 \pi R^3 \quad (3)$$

keterangan: simbol-simbol didefinisikan pada 3.1.1.

## 9 Calibration and standardization

### 9.1 Calibration:

9.1.1 The volume and capillary diameter of each viscometric cell is provided by the manufacturer, and the flow time,  $t_o$ , corresponding to an apparent shear rate at the wall of  $1,4 \times 10^6$  s<sup>-1</sup> is calculated by the manufacturer using the following equation:

$$t_o = 4V/1,4 \cdot 10^6 \pi R^3 \quad (3)$$

where symbols are defined as in 3.1.1.



9.1.2 Dengan menggunakan minimal 4 jenis minyak pengkalibrasi *Newtonian* dengan rentang viskositas 2 sampai 5 mPa-s pada 150 °C, tentukan hubungan antara tekanan dan laju alir. Tekanan harus diatur untuk setiap minyak pengkalibrasi sehingga waktu alir berada  $\pm 20\%$  dari nominal waktu alir,  $t_0$ . Lakukan tiga penentuan untuk setiap minyak pada setiap sel.

9.1.2.1 Persamaan berikut dapat digunakan untuk menggambarkan data:

$$\eta_i = \left[ C_1 \cdot t \cdot P - \frac{C_2}{t} \right] \cdot \left[ 1 + C_3 \cdot \left( 1 - \frac{t}{t_0} \right) \right] \quad (4)$$

keterangan:

$\eta_i$  = viskositas, mPa-s,

$t$  = waktu alir, s,

$P$  = tekanan, kPa, dan

$C_1, C_2, C_3$  = konstanta setiap sel viskometer.

9.1.2.2 Koefisien  $C_1$  adalah spesifik pada tekanan yang ditunjukkan pada persamaan di atas, demikian juga untuk setiap sel. Koefisien  $C_2$  pada dasarnya konstan dalam kisaran *shear rate* dan viskositas yang sempit pada pengukuran viskositas minyak lumpur mesin pada temperatur tinggi. Pada penggunaan secara umum,  $C_2$  mungkin juga tidak konstan untuk semua nilai Bilangan Reynolds.

9.1.2.3 Viskositas antara nilainya sama dengan viskositas minyak untuk kalibrasi

9.1.2.4 Lampiran A1 menggambarkan prosedur untuk menentukan konstanta  $C_1$ ,  $C_2$ , and  $C_3$ .

9.2 Stabilitas kalibrasi viskositas — periksa kestabilan kalibrasi dengan menguji minyak pengkalibrasi dengan cara yang sama seperti pengujian minyak uji. Hal tersebut harus dilakukan cukup sering sebelum serangkaian pengujian baru dan setiap 20 kali pengujian. Minyak pengkalibrasi *non-Newtonian* harus diuji sedikitnya setiap bulan. Kalibrasi viskositas minyak yang ditentukan dengan cara ini harus tidak berbeda dari nilai standard yang tidak lebih dari nilai repeatabilitas pengujian (lihat subpasal 12.1). Jika nilainya di luar batas, walaupun telah dilakukan pengujian ulang, cari sumber permasalahannya, koreksi, dan ulangi prosedur kalibrasi jika diperlukan.

9.1.2 Using a minimum of four Newtonian calibration oils covering the viscosity range from 2 to 5 mPa-s at 150 °C, determine the relationship between pressure and flow rate. The pressure should be adjusted for each calibration oil such that the flow time is within  $\pm 20\%$  of the nominal flow time,  $t_0$ . Make three determinations for each oil in each cell.

9.1.2.1 The following relationship can be used to express the data:

$$\eta_i = \left[ C_1 \cdot t \cdot P - \frac{C_2}{t} \right] \cdot \left[ 1 + C_3 \cdot \left( 1 - \frac{t}{t_0} \right) \right] \quad (4)$$

where:

$\eta_i$  = viscosity, mPa-s,

$t$  = flow time, s,

$P$  = pressure, kPa, and

$C_1, C_2, C_3$  = coefficients specific to each viscometer cell.

9.1.2.2 Coefficient  $C_1$  is specific to the units in which pressure is expressed, as well as to each cell. Coefficient  $C_2$  will be essentially constant over the relatively narrow range of shear rates and viscosities of interest in measurement of the high-temperature viscosity of automotive engine oil. In more general applications,  $C_2$  may not be constant for all values of Reynolds Number.

9.1.2.3 Intermediate viscosity equals viscosity for the calibration oils.

9.1.2.4 Annex A1 describes the procedure for determining coefficients  $C_1$ ,  $C_2$ , and  $C_3$ .

9.2 Stability of viscosity calibration—Check the stability of the calibration by running a calibration oil in the same manner as a test oil would be run. This shall be done no less frequently than before each new series of runs and every twentieth run. The non-Newtonian calibration oil should be run at least monthly. The calibration oil viscosity determined in this way must not differ from the standard value by more than the repeatability of the test (see 12.1). If it is out of limits, and if the result is confirmed by a repeat run, look for the source of the trouble, rectify it, and repeat the entire calibration procedure, if necessary. Some



Beberapa kemungkinan tahapan untuk menemukan sumber kesalahan adalah dengan memeriksa sistem secara menyeluruh, termasuk adanya material asing di dalam kapiler, verifikasi ketepatan prosedur operasi, dan akurasi kontrol temperatur dan pembacaan.

9.3 Stabilitas kalibrasi temperatur — Cek kalibrasi sensor temperatur minimal sekali dalam setahun menggunakan termometer standar yang diletakkan ke dalam *thermowell* di dalam blok aluminium.

## 10 Prosedur

10.1 Kondisikan viskometer pada temperatur pengujian dan biarkan stabil minimal 30 menit. Karena viskometer hanya menggunakan daya listrik yang rendah, sebaiknya viskometer dibiarkan hidup pada temperatur pengujian, kecuali penggunaannya tidak dapat diperkirakan untuk jangka waktu tertentu.

10.2 Bilas sampel sebelumnya menggunakan 4 sampai 6 ml sampel uji baru. Buka katup sumbat. (**Peringatan** — Jaga agar katup sumbat selalu tertutup, kecuali ketika pengisian atau pengaturan volume sampel. **JANGAN** pernah menghidupkan tekanan ketika katup sumbat terbuka). Masukkan 4 sampai 6 ml sampel uji, dan tutup katup sumbat. Nyalakan tombol tekanan (tidak perlu mengatur tekanan sejak awal pengujian) hingga sampel pembilas telah melewati kapiler menuju pembuangan. Tidak perlu mencapai temperatur kesetimbangan karena tidak ada pengukuran waktu yang dilakukan. Matikan tombol tekanan.

10.3 Masukkan 9 sampai 11 ml sampel uji ke dalam sel viskometrik dengan membuka katup sumbat, masukkan sampel kemudian tutup kembali katup sumbat.

10.4 Ulangi subpasal 10.2 dan 10.3 untuk setiap sel viskometrik.

10.5 Biarkan sekitar 15 menit sehingga sampel uji mencapai  $(150 \pm 0,1) ^\circ\text{C}$ .

possible steps to find the source of the trouble are to check the system thoroughly for faults, including foreign material in the capillary, verify the fidelity of the operating procedure, and accuracy of temperature control, and readout.

9.3 Stability of temperature calibration— Check the calibration of the temperature sensor at least once a year using a standardized thermometer inserted in the thermowell in the aluminum block.

## 10 Procedure

10.1 Bring the viscometer to the test temperature and allow test temperature to stabilize for at least 30 min. Because the viscometer uses only a small amount of electrical power, it may be desirable to leave the viscometer at test temperature unless use is not anticipated for an extended period of time.

10.2 Flush the previous sample with 4 to 6 mL of the new test sample. Open the plug valve. (**Warning**—Always keep the plug valve closed except when charging or adjusting the volume of sample; **NEVER** turn on the pressure with the plug valve open.) Insert a 4 to 6 mL test sample, and close the plug valve. Turn on the pressure (it is not necessary to adjust the pressure from the previous run) until the flush sample has passed through the capillary to waste. It is not necessary to achieve temperature equilibrium since no time measurement is being made. Turn off the pressure.

10.3 Charge a 9 to 11 mL test sample into the viscometric cell by opening the plug valve, inserting the test sample, and then closing the plug valve.

10.4 Repeat 10.2 and 10.3 for each of the viscometric cells.

10.5 Allow 15 min for the test sample to attain  $(150 \pm 0,1) ^\circ\text{C}$ .



10.6 Setelah kesetimbangan temperatur tercapai, pastikan katup sumbat tertutup di setiap sel dan lakukan pengukuran *efflux time* dan tekanan sebagai berikut:

10.6 After temperature equilibrium has been established, ensure that the plug valve is closed on each cell and make measurement of efflux time and pressure as follows:

10.6.1 Dari kalibrasi sel viskometrik dan perkiraan viskositas sampel (jika diketahui), perkirakan tekanan yang dibutuhkan untuk mencapai waktu alir nominal,  $t_o$ , (lihat 9.1.1). Tabel 2 memberikan panduan untuk mengatur tekanan jika tingkat viskositas SAE diketahui. Atur tekanan di dalam tabung *ballast* ke nilai tersebut dengan  $\pm 1$  %. Biarkan kira-kira 10 detik untuk menstabilkan tekanan.

10.6.1 From the calibration of the viscometric cell and the expected viscosity of the sample (if known), estimate the required pressure to achieve the nominal flow time,  $t_o$  (see 9.1.1). Table 2 provides a guide for setting pressure if the SAE viscosity grade is known. Adjust the pressure in the ballast tank to this value within  $\pm 1\%$ ; allow approximately 10 s for this pressure to stabilize.

10.6.2 Setel ulang *timer* ke titik nol.

10.6.2 Reset the timer to zero.

10.6.3 Buka katup sumbat dan keluarkan sisa sampel menggunakan vakum melalui tabung pengisian sehingga tidak ada lagi cairan. Segera tutup katup dan lanjutkan ke 10.6.4.

10.6.3 Open the plug valve and withdraw excess sample by vacuum through the filling tube until no more liquid is being withdrawn. Immediately *close* plug valve and immediately proceed to 10.6.4.

**Tabel 2 - Perkiraan tekanan untuk metode uji**

SAE Grade	Tekanan	
	psi	kPa
20	225	1 500
30	250	1 750
40	300	2 100
50	350	2 450

**Table 2 - Approximate pressure for test method**

SAE Grade	Pressure	
	psi	kPa
20	225	1 500
30	250	1 750
40	300	2 100
50	350	2 450

10.6.4 Nyalakan sel viskometer. Baca dan catat tekanan kira-kira 10 detik setelah saklar tekanan dinyalakan.

10.6.4 Turn on the run switch for the viscometric cell. Read and record the pressure approximately 10 s after turning on the pressure switch.

10.6.5 Ketika *timer* berhenti (sebagai indikasi bahwa pengukuran telah selesai), matikan saklar tekanan, dan catat waktu alir. Mungkin diperlukan untuk mengatur indikator *timer* selama pengujian untuk menjamin sinyal "START" dan "END" yang

10.6.5 When the timer has stopped (indicating that the measurement has been completed), turn off the pressure switch, and record the flow time. It may be necessary to adjust the indicator meter of the timer during the course of a test to



jelas.

ensure clear "start" and "end" signals.

10.6.6 Ulangi 10.6.1 sampai dengan 10.6.5 untuk setiap sel.

10.6.6 Repeat 10.6.1 through 10.6.5 for each cell.

## 11 Perhitungan dan hasil

## 11 Calculation of results

11.1 Gunakan persamaan kalibrasi, hitung viskositas antara (mPa-s) dan *apparent shear rate* pada bagian dinding (detik<sup>-1</sup>) untuk setiap sel. Jika *apparent shear rate* pada bagian dinding tidak dalam kisaran  $\pm 5\%$  dari  $1,4 \times 10^6$  detik<sup>-1</sup>, hitung kembali tekanan yang dibutuhkan dan buat penentuan kedua pada sel yang sama atau berbeda.

11.1 Using the calibration equation, calculate the intermediate viscosity in mPa-s and the apparent shear rate at the wall in s<sup>-1</sup> for each cell. If the apparent shear rate at the wall is not within  $\pm 5\%$  of  $1,4 \times 10^6$  s<sup>-1</sup>, recalculate the pressure required and make a second determination in the same or a different cell.

11.1.1 Hitung viskositas *apparent* sebagai berikut:

$$\eta = \eta_i - 0,03 \quad (5)$$

11.1.1 Calculate the apparent viscosity as:

$$\eta = \eta_i - 0,03 \quad (5)$$

11.2 Dalam beberapa kasus, hanya perlu untuk memastikan viskositas sampel uji yang melebihi viskositas spesifik. Ketika viskositas aktual dari sampel uji tidak diperlukan, tekanan sel dapat dihitung dari kalibrasi menggunakan viskositas spesifik dan waktu alir,  $t_0$ . Jika waktu alir terukur untuk sampel uji melebihi  $t_0$ , maka viskositas pasti melebihi viskositas spesifik.

11.2 In some instances, it can only be necessary to determine that the viscosity of the test sample exceeds a specified viscosity. When the exact viscosity of the test sample is not required, the pressure for the cell can be calculated from the calibration using the specified viscosity and flow time,  $t_0$ . If the measured flow time for the test sample exceeds  $t_0$ , then the viscosity must exceed the specified viscosity.

## 12 Pelaporan

## 12 Report

12.1 Laporkan viskositas dalam *millipascal seconds* (mPa.s) dengan dua desimal dan temperatur uji (°C).

12.1 Report the viscosity in millipascal seconds (mPa-s) to two decimal places and the test temperature (°C).

## 13 Presisi dan bias

## 13 Precision and bias

13.1 Presisi dari metode pengujian telah ditentukan menggunakan pengujian statistik terhadap hasil uji antar Laboratorium.<sup>6</sup> Presisi dihitung dari hasil pengujian sebagai berikut:

13.1 The precision of the test method was determined by the statistical examination of interlaboratory test results.<sup>6</sup> The precision calculated from the test results is as follows:

13.1.1 Perbedaan antar hasil uji yang berurutan, yang didapat oleh operator yang sama dengan peralatan yang sama di bawah kondisi operasi yang berkesinambungan pada bahan uji identik,

13.1.1 The difference between successive results obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test materials would, in the long run, in the



akan pada jangka panjang, pada operasi normal dan benar dari metoda uji, akan melebihi nilai hanya pada satu kasus di antara dua puluh:

*Repeatability* = 1,6% dari nilai rata-rata (6)

13.1.2 Perbedaan antara dua hasil tunggal dan berdiri sendiri, yang dihasilkan oleh operator berbeda yang bekerja pada laboratorium berbeda pada bahan uji identik, akan pada jangka panjang, pada operasi normal dan benar dari metoda uji, akan melebihi nilai hanya pada satu kasus di antara dua puluh:

*Reproducibility* = 5,4 % dari nilai rata-rata (7)

13.1.3 Nilai ketelitian yang dinyatakan di atas sah apabila telah dilakukan kaji ulang 5 tahunan.<sup>7</sup>

13.2 Bias – metode uji ini menggunakan standar viskositas yang sudah diketahui untuk membuat kurva kalibrasi yang kemudian digunakan untuk menentukan viskositas minyak yang diuji menggunakan interpolasi. Oleh karena itu, standar didorong ke katup yang benar. Karena hasilnya adalah relatif terhadap metode penentuan viskositas, metode pengujian ini tidak memiliki bias.

13.3 Bias relatif - Hasil dari metode pengujian ini telah diperoleh, secara rata-rata hasilnya 0,03 mPa-s lebih tinggi dari hasil dengan metode uji D4683 dan D4741. Persamaan 5 ditambahkan ke dalam metode ini untuk mengurangi nilai bias relatif yang tetap. Metode uji ini dikoreksi dengan Persamaan 5, diharapkan dalam jangka panjang memberikan hasil yang rata-rata sama untuk minyak lumas yang sama.<sup>7</sup>

normal and correct operation of the test method, exceed the following value in only one case in twenty:

*Repeatability* = 1,6 % of the mean (6)

13.1.2 The difference between successive results obtained by different operators working in different laboratories on identical test materials would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following value in only one case in twenty:

*Reproducibility* = 5,4 % of the mean (7)

13.1.3 The precision values stated above were found, upon five-year review, to be valid.<sup>7</sup>

13.2 Bias—This test method uses standards of known viscosity to establish a calibration curve which is then used to determine the viscosities of test oils by interpolation. The standards are thereby forced to their correct values. As a result of this relative method of determining viscosities, this test method has no bias.

13.3 Relative bias—Results from this test method were found, on average, in the long run, to be 0,03 mPa-s higher than those from Test Methods D4683 and D4741. Eq 5 was added to this method to subtract the constant relative bias. This test method, corrected with Eq 5, can be expected to give, on average in the long run, the same results for the same oil.<sup>7</sup>

<sup>7</sup> Data pendukung telah dimasukkan dalam ASTM International Headquarters dan dapat diperoleh dengan meminta Research Report RR: D02-1698.

<sup>7</sup> Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters be obtained by requesting Research Report RR: D02-1698.





## 14 Kata kunci

14.1 Metode kapiler; pengujian shear — produk-produk petroleum; viskositas; viskositas *apparent*.

## 14 Keywords

14.1 capillary method; shear testing — petroleum products; viscosity; viscosity—*apparent*.





**Lampiran**  
(normatif)  
**A1. Perhitungan konstanta persamaan**

**Annex**  
(Mandatory Information)  
**A1. Calculation of equation coefficients**

## A1.1 Persamaan:

$$\eta_i = \left[ C_1 \cdot t \cdot P - \frac{C_2}{t} \right] \cdot \left[ 1 + C_3 \cdot \left( 1 - \frac{t}{t_0} \right) \right] \quad (A1.1)$$

Perlu penetapan konstanta  $C_1$ ,  $C_2$ , dan  $C_3$ . Nilai waktu alir nominal,  $t_0$ , sesuai dengan *apparent shear rate* pada bagian dinding  $1,4 \times 10^6 \text{ detik}^{-1}$  juga harus ditentukan.

A1.2 Untuk menentukan  $t_0$ , operasikan tabung sebagaimana dijelaskan pada Pasal 10 menggunakan viskositas standar yang diketahui densitas dan viskositasnya antara 2,5 dan 4,0 mPa-s.

A1.2.1 Setelah menetapkan pengaturan akhir terhadap volume yang akan diukur waktunya, (10.6.3), dan sebelum menghidupkan tombol operasi (10.6.4), masukkan *pre-weighed vial* ke bagian keluaran tabung untuk mengumpulkan *efflux* dan mengukur berat,  $M$ , dari *efflux*.

A1.2.2 Operasikan sebagaimana 10.6.4 dan 10.6.5. Hitung waktu dari volume tersebut sebagai;

$$V = 1\,000\, M/\rho \quad (A1.2)$$

keterangan:

$V$  = volume bersih dari *efflux*,  $\text{mm}^3$ ,  
 $M$  = berat bersih, g, dan  
 $\rho$  = densitas,  $\text{g/cm}^3$ .

A1.2.3 Hitung  $t_0$  seperti dijelaskan pada 9.1.1. Asumsikan  $R = 0,075 \text{ mm}$ , kecuali sudah ditentukan khusus untuk kapiler tersebut.

A1.3 Konstanta  $C_3$  adalah faktor koreksi kecil yang kemungkinan berkaitan dengan sedikit perubahan pada volume *efflux* dalam rentang waktu *efflux*,  $(t_0 \pm 5)$  detik. Konstanta ini dapat ditentukan menggunakan viskositas standar dengan waktu alir  $(t_0 \pm 5)$  detik. Umumnya, nilai 0,075 akan mencukupi.

## A1.1 The equation:

$$\eta_i = \left[ C_1 \cdot t \cdot P - \frac{C_2}{t} \right] \cdot \left[ 1 + C_3 \cdot \left( 1 - \frac{t}{t_0} \right) \right] \quad (A1.1)$$

requires determination of the coefficients  $C_1$ ,  $C_2$ , and  $C_3$ . The value of the nominal flow time,  $t_0$ , corresponding to an apparent shear rate at the wall of  $1,4 \times 10^6 \text{ s}^{-1}$  must also be determined.

A1.2 To determine  $t_0$ , run the tube as described in Section 10 using a viscosity standard of known density and viscosity between 2,5 and 4,0 mPa-s.

A1.2.1 After making the final adjustment of the volume to be timed (10.6.3), and before turning on the run switch (10.6.4), insert a pre-weighed vial under the exit from the tube to collect the efflux and measure the weight  $M$  of the efflux.

A1.2.2 Run in accordance with 10.6.4 and 10.6.5. Calculate the timed volume as:

$$V = 1\,000\, M/\rho \quad (A1.2)$$

where:

$V$  = net volume of the efflux,  $\text{mm}^3$ ,  
 $M$  = net weight, g, and  
 $\rho$  = density,  $\text{g/cm}^3$ .

A1.2.3 Calculate  $t_0$  as described in 9.1.1. Assume  $R = 0,075 \text{ mm}$ , unless otherwise specified for the capillary.

A1.3 The constant  $C_3$  is a small correction factor possibly corresponding to slight changes in efflux volume over the range of efflux time of  $(t_0 \pm 5)$  s. It can be determined with viscosity standards over the flow times of  $(t_0 \pm 5)$  s. Normally a value of 0,075 will suffice.



A1.4 Gunakan minimum 4 viskositas standar pada tekanan dimana waktu *efflux* terukur sekitar 1 detik sebagai  $t_0$ , tentukan waktu alir dan tentukan regresi dari data terbaik dengan persamaan:

$$\frac{\eta}{(1 + C_3(1 - t/t_0))tP} = C_1 - C_2 \frac{1}{t^2P} \quad (A1.3)$$

A1.4.1 Gunakan nilai  $C_1$ ,  $C_2$ , dan  $C_3$ , hitung viskositas dengan data  $P$  dan  $t$  yang sudah ditentukan, tentukan viskositas, dan hitung deviasi dari nilai tersertifikasi dalam persen. Deviasi lebih besar dari 1,5 % menunjukkan data yang diragukan.

A1.4.2 Kalkulator yang disediakan bersamaan dengan viscometer high-temperature high-shear sesuai untuk menghitung regresi dan perbandingan sebagaimana digambarkan pada A1.4 dan A1.4.1.

A1.4 Using a minimum of four viscosity standards at pressures such that the measured efflux time is within one second of  $t_0$ , determine the flow time and determine by regression the best fit of the data using the equation:

$$\frac{\eta}{(1 + C_3(1 - t/t_0))tP} = C_1 - C_2 \frac{1}{t^2P} \quad (A1.3)$$

A1.4.1 Using the values of  $C_1$ ,  $C_2$ , and  $C_3$ , calculate the viscosity using the determined data of  $P$  and  $t$ , determine the viscosity, and calculate the deviations from the certified values in percent of the certified viscosity. Deviations greater than 1,5 % may indicate questionable data items.

A1.4.2 The calculator supplied with the high-temperature high-shear viscometer performs the regression and comparisons described in A1.4 and A1.4.1.





**Lampiran**  
(normatif)  
**A2. Penentuan volume tabung**

**Annex**  
(Mandatory Information)  
**A2. Determination of tube volume**

A2.1 Bersihkan sel uji dengan tetap mempertahankan temperatur pada 100 °C. Suntikkan 10 mL toluena (atau pelarut dengan kadar aromatik tinggi lainnya) ke dalam setiap sel uji, kemudian bilas. Ulangi 2 kali, kemudian bilas menggunakan iso-oktan atau pelarut alternatif yang sesuai.

A2.1 Clean the test cells while maintaining temperature at 100 °C. Inject 10 mL of toluene (or other highly aromatic solvent) into each test cell, then flush out. Repeat twice, then flush with *iso*-octane or suitable alternative solvent.

A2.2 Keluarkan pelarut dengan cara membersihkan tabung menggunakan udara, nitrogen, atau karbondioksida.

A2.2 Remove solvent by purging tubes with air, nitrogen, or carbon dioxide.

A2.3 Pilih fluida acuan (*Cannon Standard HT 150* atau alternatif yang sama). Tempatkan fluida acuan pada setiap sel, dan biarkan setimbang selama 15 menit pada temperatur 150 °C. Jika pengujian akan dilakukan pada temperatur lain, gunakan temperatur tersebut sebagai pengganti. Buka katup sumbat dan keluarkan sisa sampel. Tutup katup dan dengan menggunakan tekanan gas, keluarkan fluida acuan melalui bagian bawah setiap sel.

A2.3 Select a reference fluid (*Cannon Standard HT 150* or equivalent alternative). Place reference fluid in each cell, and let equilibrate 15 min at a temperature of 150 °C. If tests are to be made at a temperature other than 150 °C, use this temperature instead of 150 °C. Open the plug valves and withdraw excess sample. Close the plug valves, and by way of gas pressure, force the reference fluid out the exhaust tube at the bottom of each cell.

A2.4 Tutup ujung bawah dari setiap tabung logam menggunakan tutup *syringe* plastik atau *stopper* karet kecil. Hal ini menciptakan *air-lock* di antara minyak yang akan disimpan di dalam sel di atas tabung gelas kapiler dan ujung tabung pembuangan.

A2.4 Close the lower end of each metal tube with a plastic syringe cap or small rubber stopper. This creates an air-lock between the oil that will be stored in the cell above the glass capillary tube and the end of the exhaust tube.

A2.5 Ambil dan timbang *vial* sampel kecil dan letakkan di bawah setiap tabung pembuangan sehingga mulut setiap *vial* sedikit lebih tinggi daripada ujung setiap tabung.

A2.5 Obtain and weigh a small sample vial and place under each exhaust tube so that the mouth of each vial is slightly higher than the end of each tube.

A2.6 Isi setiap sel dengan fluida acuan dan biarkan 15 menit sampai temperatur uji stabil. Buka katup dan keluarkan sisa sampel. Tutup katup sumbat. Lepaskan tutup atau *stopper* dari tabung pembuangan, dan dengan menggunakan tekanan gas, dorong fluida acuan keluar dari tabung pembuangan.

A2.6 Fill each cell with the reference fluid and let equilibrate 15 min at the test temperature. Open the plug valves and withdraw excess sample. Close the plug valves. Remove the caps or stoppers from the exhaust tube, and by way of gas pressure, force the reference fluid out of the exhaust tube.

A2.7 Matikan saklar tekanan gas.

A2.7 Turn off the gas pressure switch.





A2.8 Timbang setiap *vial*. Kurangkan massa *vial* terisi dengan *vial* kosong dan tentukan volume minyak sebagai:

$$V = W/d \quad (A2.1)$$

keterangan :

$V$  = volume, mL,

$W$  = massa terukur, g, dan

$d$  = densitas fluida, g/mL, disediakan oleh supplier

A2.9 Ulangi A2.4 hingga A2.8.

A2.10 Ulangi lagi A2.4 hingga A2.8.

A2.11 Tentukan volume rata-rata,  $V$ , dan standar deviasi untuk setiap sel dari ketiga penentuan volume tersebut. Jika standar deviasi lebih besar dari 0,05 mL, ulangi prosedur penentuan volume.

A2.8 Weigh each vial. Subtract the mass of the filled vial from the empty vial and determine the volume ( $V$ ) of the oil as:

$$V = W/d \quad (A2.1)$$

where:

$V$  = volume, mL,

$W$  = measured mass, g, and

$d$  = fluid density, g/mL, as provided by the fluid supplier.

A2.9 Repeat A2.4 through A2.8.

A2.10 Repeat A2.4 through A2.8 again.

A2.11 Determine the average volume,  $V$ , and the standard deviation for each cell from the three determinations of volume. If the standard deviation is greater than 0,05 mL, repeat the entire procedure for volume determination.





## (A1.1) Ringkasan perubahan

## S (A1.1) Summary of changes

Subkomite D.02.07 telah mengidentifikasi lokasi perubahan yang dipilih pada standar ini sejak isu terakhir (D5481-04) yang mungkin menimbulkan dampak pada penggunaan standar ini.

- (1) Penambahan Persamaan 5 untuk mengoreksi bias relatif
- (2) Konfirmasi keabsahan pernyataan presisi dan bias.
- (3) Penambahan acuan untuk laporan penelitian RR:D02-1698.

Subcommittee D02.07 has identified the location of selected changes to this standard since the last issue (D5481-04) that may impact the use of this standard.

- (1) Added Eq 5 to correct for relative bias.
- (2) Confirmed Precision and Bias statement is valid.
- (3) Added reference to Research Report RR:D02-1698.

